

**This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- **BLACK BORDERS**
- **TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- **FADED TEXT**
- **ILLEGIBLE TEXT**
- **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- **COLORED PHOTOS**
- **BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS**
- **GRAY SCALE DOCUMENTS**

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

1/9/1

✓ DIALOG(R) File 351:DERWENT WPI

--- (c) 2000 Derwent Info Ltd. All rts. reserv.

002535563

WPI Acc No: 1980-53590C/198031

**Polyurethane elastomer free running dyestuff or auxiliary concentrate -
is resistant to microbes and stable, and mixes well with elastomer**

Patent Assignee: ELASTOGRAN GMBH (ELAS-N)

Inventor: BRAUNE P

Number of Countries: 001 Number of Patents: 001

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date
DE 2901774	A	19800724			

Week
198031 B

Priority Applications (No Type Date): DE 2901774 A 19790118

Abstract (Basic): DE 2901774 A

Free running dyestuff and/or auxiliary concentrate, which is resistant to microbes, contains 95-30 (wt)% polyurethane elastomer (I) with a softening point of 100-170 degrees C and 5-70% dyestuff (IIA) and/or auxiliary (IIB). (I) is obtd. by reacting (a) an organic diisocyanate (MDI) with (b) a OH-gp.-contg. polytetrahydrofuran (PTHF) and opt. a polyesterol based on adipic acid-butan-1,4-diol (-hexan-1,6-diol) or polycaprolactone and (c) an aliphatic diol (ethylene glycol butan-1,4-diol or hexan-1,6-diol) as chain extender.

Concentrate is useful for incorporating (II) in polyurethane elastomers. It can be dosed easily and accurately and is absolutely stable in storage. It can melt easily below the usual processing temps. for natural polyurethane granules and mixes well and homogeneously with these in the melt. Since it contains no solvent and plasticiser, it is not detrimental to the mechanical properties of the granulate.

Title Terms: POLYURETHANE; ELASTOMER; FREE; RUN; DYE; AUXILIARY;

CONCENTRATE; RESISTANCE; MICROBE; STABILISED; MIX; WELL; ELASTOMER

Derwent Class: A25; A60; E24

International Patent Class (Additional): C08J-003/22; C09B-067/00

File Segment: CPI



RECEIVED
AUG 16 2000
GROUP 1700

Int. Cl. 3 = Int. Cl. 2

Int. Cl. 2:

C 09 B 67/00

C 08 J 3/22

C 08 J 3/20

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

DEUTSCHES



PATENTAMT

DE 29 01 774 A 1

Offenlegungsschrift

29 01 774

⑪

⑫

⑬

⑭

Aktenzeichen:

P 29 01 774.1

Anmeldetag:

18. 1. 79

Offenlegungstag:

24. 7. 80

⑮

Unionspriorität:

⑯ ⑰ ⑱

⑤

Bezeichnung:

Rieselfähiges, mikrobebeständiges Farbstoff- und/oder
Hilfsmittelkonzentrat auf Basis eines Polyurethan-Elastomeren und
Verfahren zu seiner Herstellung

⑦

Anmelder:

Elastogran GmbH, 2844 Lemförde

⑧

Erfinder:

Braune, Peter, Dipl.-Chem. Dr., 6521 Mölsheim

DE 29 01 774 A 1

Patentansprüche

1. Rieselfähiges, mikrobebeständiges Farbstoff- und/oder Hilfsmittelkonzentrat enthaltend
 - A) 95 bis 30 Gewichtsprozent, bezogen auf das Gesamtgewicht, eines Polyurethan-Elastomeren mit einem Erweichungspunkt von 100° bis 170°C, das durch Umsetzung
 - a) eines organischen Diisocyanates mit
 - b) einem hydroxylgruppenhaltigen Polytetrahydrofuran oder einer Mischung aus einem hydroxylgruppenhaltigen Polytetrahydrofuran und einem Polyesterol auf Basis Adipinsäure-Butandiol-1,4, Adipinsäure-Butandiol-1,4-Hexandiol-1,6 oder Polycaprolacton und
 - c) einem aliphatischen Diol als Kettenverlängerungsmittel erhalten wird und
 - B) 5 bis 70 Gewichtsprozent, bezogen auf das Gesamtgewicht, eines Farbstoffes und/oder eines Hilfsstoffes.
2. Rieselfähiges, mikrobebeständiges Farbstoff- und/oder Hilfsmittelkonzentrat gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß als organisches Diisocyanat (a) zur Herstellung des Polyurethan-Elastomeren 4,4'-Diphenylmethan-diisocyanat verwendet wird.
3. Rieselfähiges, mikrobebeständiges Farbstoff- und/oder Hilfsmittelkonzentrat gemäß Anspruch 1, dadurch ge-

- r kennzeichnet, daß als aliphatische Diöle (C) Äthylen-⁷glykol, Butandiol-1,4 oder Hexandiol-1,6 verwendet werden.
4. Rieselfähiges, mikrobebeständiges Farbstoff- und/oder Hilfsmittelkonzentrat gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Polyurethan-Elastomere durch Umsetzung von
- a) 4,4'-Diphenylmethan-diisocyanat mit
 - b) einem hydroxylgruppenhaltigen Polytetrahydrofuran mit einem Molekulargewicht von 800 bis 3000 und
 - c) Butandiol-1,4 erhalten wird.
5. Rieselfähiges, mikrobebeständiges Farbstoff- und/oder Hilfsmittelkonzentrat gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man als Hilfsmittel Gleitmittel, Stabilisatoren, Antioxydantien, Fungizide und/oder Flamm-schutzmittel verwendet.
6. Verfahren zur Herstellung eines rieselfähigen mikrobebeständigen Farbstoff- und/oder Hilfsmittelkonzentrates gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man den Farbstoff und/oder das Hilfsmittel einer oder mehreren der Ausgangskomponenten a bis c einverleibt, die Ausgangskomponenten a bis c miteinander umsetzt und das erhaltene Farbstoff- und/oder Hilfsmittel enthaltende Polyurethan-Elastomere auf eine Teilchengröße von kleiner als 4 mm granuliert.

7. Verfahren gemäß Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß man den Farbstoff und/oder das Hilfsmittel einer der Ausgangskomponenten a bis c einverleibt, das erhaltene Gemisch mit den restlichen Ausgangskomponenten a bis c zur Reaktion bringt und das erhaltene Farbstoff und/oder Hilfsmittel enthaltende Polyurethan-Elastomere auf eine Teilchengröße von kleiner als 4 mm granuliert.
8. Verfahren gemäß Anspruch 6 oder 7, dadurch gekennzeichnet, daß man die Ausgangskomponenten a bis c in solchen Mengen umsetzt, daß das Verhältnis von NCO-Gruppen der Ausgangskomponente a zu OH-Gruppen der Ausgangskomponenten b und c 0,85 bis 0,99:1 beträgt.
9. Verfahren gemäß Anspruch 6 oder 7, dadurch gekennzeichnet, daß man den Farbstoff und/oder das Hilfsmittel den Ausgangskomponenten a bis c in einer solchen Menge einverleibt, daß die erhaltenen Polyurethan-Elastomer-Granulate einen Farbstoff- und/oder Hilfsmittelgehalt von 5 bis 70 Gewichtsprozent, bezogen auf das Gesamtgewicht, aufweisen.
10. Verfahren gemäß Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß man den Farbstoff und/oder das Hilfsmittel dem hydroxylgruppenhaltigen Polytetrahydrofuran oder einer Mischung aus hydroxylgruppenhaltigem Polytetrahydrofuran und einem Polyesterol auf Basis Adipinsäure-Butandiol-1,4, Adipinsäure-Butandiol-1,4-Hexandiol-1,6 oder Polycaprolacton einverleibt,

das erhaltene Gemisch mit dem organischen Diisocyanat
a und einem aliphatischen Diol c zur Reaktion bringt
und
das erhaltene Farbstoff und/oder Hilfsmittel enthalten-
de Polyurethan-Elastomere auf eine Teilchengröße von
kleiner als 4 mm granuliert.

Rieselfähiges, mikrobebeständiges Farbstoff- und/oder Hilfsmittelkonzentrat auf Basis eines Polyurethan-Elastomeren und Verfahren zu seiner Herstellung

Gegenstand der Erfindung ist ein rieselfähiges, mikrobebeständiges Farbstoff- und/oder Hilfsmittelkonzentrat mit einem Farbstoff- und/oder Hilfsmittelgehalt von 5 bis 70 Gewichtsprozent, bezogen auf das Gesamtgewicht, auf Basis von Polyurethan-Elastomeren, die durch Umsetzung eines organischen Diisocyanats mit einem hydroxylgruppenhaltigen Polytetrahydrofuran oder einer Mischung aus einem hydroxylgruppenhaltigen Polytetrahydrofuran und einem Polyesterol aus Adipinsäure und Butandiol-1,4 oder einem Butandiol-1,4-Hexandiol-1,6-Gemisch oder einem Polycaprolacton und einem aliphatischen Diol als Kettenverlängerungsmittel erhalten werden.

Farbstoffpräparationen oder Pigmentpasten zum Färben von Polyurethanen, insbesondere Zweikomponenten-Polyesterpolyurethan-Textilbeschichtungsmassen und Polyurethanschaumstoffen sind bekannt.

Die dabei verwendeten Pigmentpasten enthalten meist neben Pigmenten und üblichen Zusätzen, wie Lösungsmittel, Bindemittel auf Basis von Polyvinylchlorid-Polyvinylalkohol, gegebenenfalls unter Mitverwendung von üblichen Weichmachern auf Basis von Alkyd- oder Epoxyharzen oder Polymerweichma-

chern, die die Eigenschaften der zu färbenden Polyurethanen ungünstig beeinflussen.

Zur Vermeidung dieser Nachteile hat man als Bindemittel für die Pigmentpasten beispielsweise dasjenige Polyesterpolyurethan verwendet, das auch zur Textilbeschichtung verwendet wurde. Nachteilig ist hierbei, daß für jede Beschichtungsmasse ein genau abgestimmtes Pigmentpasten-Sortiment bereitgestellt werden muß, da Polyesterpolyurethane untereinander oder mit ihren Lösungen nur bedingt verträglich sind oder die mechanischen Eigenschaften der Beschichtungsmassen negativ beeinflussen.

Nach Angaben der DE-OS 24 04 978 und DE-OS 23 31 792 werden zum Einfärben von Ein- bzw. Zweikomponentenpolyester-Polyurethan-Textilbeschichtungsmassen Pigmentpasten verwendet, die neben dem Pigment als Bindemittel ein Polyesterpolyurethan, hergestellt durch Umsetzung von organischen Diisocyanaten mit hydroxylgruppenhaltigen Adipaten, und übliche hydroxylgruppenfreie Lösungsmittel enthalten.

In der DE-OS 25 25 926 werden Pigmentpräparationen auf Basis eines thermoplastischen Polyurethans mit einem Erweichungspunkt von 80 bis 110°C beschrieben, das aus 4,4-Diphenylmethan-diisocyanat, Adipinsäure-Monobutylester und Neopentylglykol hergestellt wird.

Farbstoffpräparationen, die in Wasser schwerlösliche Farbstoffe und Polyätherpolyole, welche durch Addition von Äthylenoxid oder Äthylenoxid und Propylenoxid an Startermoleküle mit einer Funktionalität größer als 2 erhalten werden, enthalten, sind Gegenstand der DE-OS 24 41 780.

030030/0361

Zur Herstellung der Farbstoffpräparationen oder Pigmentpasten werden die polymeren Grundmaterialien, die sogenannten Trägermaterialien, und die Pigmente oder Farbstoffe in üblichen Naßzerkleinerungsaggregaten, wie Attritoren, Walzenstühlen, Dissolver, Rotor-Stator-Mühlen, Korundscheibenmühlen, Kugelmühlen und schnelllaufende Rührwerksmühlen dispergiert. Wird als Trägermaterial ein Thermoplast verwendet, so werden in diesen bei Temperaturen, die im Erweichungsbereich oder darüber liegen auf bekannten Verarbeitungsmaschinen, beispielsweise Walzwerken, Knetern, Extrudern u.a., durch Mischen, Walzen, Kneten oder Scheren unter Zufuhr von Energie Farbstoffe und Pigmente eingearbeitet und die erhaltenen Präparate nach dem Abkühlen zerkleinert.

Die genannten Verfahren haben verschiedene Nachteile. Durch das Einbringen von Lösungsmitteln und gegebenenfalls anderen Zusatzstoffen, wie Weichmachern, in die Präparationen werden die Eigenschaften der zu färbenden thermoplastischen Polyurethan-Elastomeren beeinflusst. Manche Farbstoffe und Hilfsmittel lassen sich überhaupt nicht oder nur sehr schwer einarbeiten. Dies gilt besonders für Gleitmittel und stark schmierende Verbindungen. Eine gute gleichmäßige agglomerationsfreie Verteilung der Pigmente und Hilfsmittel ist vielfach nicht gegeben. Wegen des hohen Reinigungsaufwandes der Apparate können kleine Mengen an Spezialkonzentraten vielfach aus Kostengründen nicht hergestellt werden.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung war es rieselfähige, mikrobienbeständige Farbstoffe und/oder Hilfsmittelkonzentrate herzustellen, die die obengenannten Nachteile nicht aufweisen und die sich gut zum Einbringen von Farbstoffen und/oder Hilfsmitteln in Polyurethan-Elastomere eignen.

Gegenstand der Erfindung sind somit rieselfähige, mikrobe-
beständige Farbstoffe und/oder Hilfsmittelkonzentrate, die
enthalten

- A) 95 bis 30 Gewichtsprozent, bezogen auf das Gesamtge-
wicht, eines Polyurethan-Elastomeren mit einem Erwei-
chungspunkt von 100 bis 170°C, das durch Umsetzung
- a) eines organischen Diisocyanates mit
 - b) einem hydroxylgruppenhaltigen Polytetrahydrofuran
oder einer Mischung aus einem hydroxylgruppenhalti-
gen Polytetrahydrofuran und einem Polyesterol auf
Basis Adipinsäure - Butandiol-1,4, Adipinsäure -
Butandiol-1,4-Hexandiol-1,6 oder Polycaprolacton
und
 - c) einem aliphatischen Diol als Kettenverlängerungs-
mittel erhalten wird und
- B) 5 bis 70 Gewichtsprozent, bezogen auf das Gesamtge-
wicht, eines Farbstoffes und/oder eines Hilfsmittels.

Ein anderer Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist ein
Verfahren zur Herstellung eines rieselfähigen, mikrobe-
ständigen Farbstoff- und/oder Hilfsmittelkonzentrates auf
Basis eines Polyurethan-Elastomeren aus den obengenannten
Ausgangskomponenten a bis c, das dadurch gekennzeichnet
ist, daß man
den Farbstoff und/oder das Hilfsmittel einem oder mehreren
der Ausgangskomponenten a bis c vor der Polyurethanherstel-
lung einverleibt,
die Ausgangskomponenten a bis c miteinander umsetzt und
das erhaltene Farbstoff und/oder Hilfsmittel enthaltende Po-
lyurethan-Elastomere auf eine Teilchengröße von kleiner als
4 mm zerkleinert.

Die erfindungsgemäßen Farbstoff- und/oder Hilfsmittelkonzentrate weisen den Vorteil auf, daß sie aufgrund ihrer chemischen Zusammensetzung mikrobebeständig sind. Die Konzentrate sind absolut lagerstabil, rieselfähig und daher leicht und genau dosierbar. Die Produkte lassen sich ferner bei Temperaturen unterhalb den üblichen Verarbeitungstemperaturen für thermoplastische Naturgranulate auf Polyurethanbasis leicht aufschmelzen und mit den Naturgranulaten gut und homogen in der Schmelze mischen. Da die Konzentrate keine Lösungsmittel und Weichmacher enthalten, werden die mechanischen Eigenschaften der Naturgranulate nicht negativ beeinflusst.

Durch das Einbringen der Farbstoffe und/oder Hilfsmittel in eine oder mehrere der Ausgangskomponenten a bis c, vorzugsweise in eine der Ausgangskomponenten a bis c, insbesondere in die Ausgangskomponente b) vor der Polyurethanherstellung wird eine optimal gleichmäßige Verteilung des Farbstoffs und/oder Hilfsmittels im Konzentrat erzielt.

Üblicherweise werden gefärbte Formkörper nach folgenden Verfahren hergestellt:

Es werden in der Masse eingefärbte thermoplastisch verarbeitbare Granulate verwendet. Hierzu ist eine ausgedehnte und kostspielige Lagerhaltung der verschiedenartig eingefärbten und mit Hilfsmitteln präparierten Granulate notwendig. Bei Fehldispositionen hinsichtlich Farbe und zugesetztem Hilfsmittel können erhebliche wirtschaftliche Einbußen auftreten.

Es werden Gemische aus naturbelassenen thermoplastischen Granulaten und Farbstoffen oder Hilfsmitteln verwendet. Bei dieser Methode wird der Verarbeiter in hohem Maße durch Staub belastigt. Schwierigkeiten bereitet häufig ferner

das rezepturgetreue Zudosieren der Farbstoff- und Pigmente und das gleichmäßige einarbeiten in das Naturgranulat.

Diese Nachteile lassen sich durch Verwendung von naturbelassenem Granulat und Farbstoff- und/oder Hilfsmittelkonzentraten ebenfalls vermeiden. Es genügt hierbei ein naturbelassenes Granulat zu lagern, das durch Einbringen der gewünschten Farbstoffe und/oder Hilfsmittel auf die geforderten Eigenschaften eingestellt werden kann. Vorteilhaft ist insbesondere, daß die Farbstoffkonzentrate gegebenenfalls mit den Hilfsmittelkonzentraten in beliebigen Mengenverhältnissen gemischt und so nach Art und Menge den Naturgranulaten angepaßt werden können. Für spezielle Anwendungsbereiche kann es auch zweckmäßig sein Farbstoff und Hilfsmittel in einem Konzentrat zu vereinigen.

Diese Methode ist sauber, elegant und wirtschaftlich. In verarbeitungstechnischer Hinsicht optimale Ergebnisse werden allerdings nur dann erreicht, wenn das thermoplastische Granulat und das Farbstoff- und/der Hilfsmittelkonzentrat aufeinander abgestimmt sind. So braucht das Konzentrat nicht zur Festigkeit des eingefärbten bzw. präparierten Naturgranulats beizutragen. Es genügt, wenn es keine Verschlechterung der mechanischen Eigenschaften bewirkt. Bei Verwendung der erfindungsgemäßen Farbstoff- und/oder Hilfsmittelkonzentrate ist dies unter allen Umständen gegeben.

Wie bereits dargelegt wurde, enthalten die erfindungsgemäßen rieselfähigen, mikrobebeständigen Farbstoff- und/oder Hilfsmittelkonzentrate

- A) 95 bis 30 Gewichtsprozent, vorzugsweise 80 bis 50 Gewichtsprozent, bezogen auf das Gesamtgewicht, eines thermoplastisch verarbeitbaren Polyurethan-Elastomeren auf Basis eines hydroxylgruppenhaltigen Polytetrahydrofurans mit Erweichungspunkten von 100° bis 170°C, vorzugsweise 120 bis 170°C und insbesondere 130° bis 160°C als Trägermaterial und
- B) 5 bis 70 Gewichtsprozent, vorzugsweise 20 bis 50 Gewichtsprozent, bezogen auf das Gesamtgewicht, eines Farbstoffes und/oder Hilfsmittels.

Geeignete thermoplastisch verarbeitbare Polyurethan-Elastomere als Trägermaterial werden aus den Ausgangskomponenten a bis c gegebenenfalls unter Mitverwendung von Hilfsmitteln, hergestellt. In Betracht kommen

- a) als organische Diisocyanate (a) beispielsweise aliphatische, cycloaliphatische und vorzugsweise aromatische Diisocyanate, wie 1,6-Hexamethylen-diisocyanat, Isophoron-diisocyanat, 2,4- und 2,6-Toluylen-diisocyanat sowie die handelsüblichen Isomerenmische und 4,4'-, 2,4'- und 2,2'-Diphenylmethan-diisocyanat sowie die entsprechenden Isomerenmische. Vorzugsweise verwendet werden reines 4,4'-Diphenylmethan-diisocyanat und Diphenylmethan-diisocyanat-Isomerenmischungen mit einem 4,4'-Diphenylmethan-diisocyanatgehalt größer als 96 Gewichtsprozent, insbesondere größer als 98 Gewichtsprozent.
- b) Als Ausgangskomponente (b) werden vorzugsweise hydroxylgruppenhaltige Polytetrahydrofurane mit einem Molekulargewicht von 800 bis 3000, vorzugs-

weise 1600 bis 2400 verwendet. Geeignet sind jedoch auch Mischungen aus den genannten Polytetrahydrofuranen und Polyesterolen auf Basis Adipinsäure-Butandiol-1,4 und Adipinsäure-Butandiol-1,4-Hexandiol-1,6 (Molverhältnis Butandiol zu Hexandiol 3:1 bis 1:2, vorzugsweise 1:1) sowie Polyesterolen auf Polycaprolactonbasis mit einem Polytetrahydrofuran-gehalt von mindestens 30 Gewichtsprozent, vorzugsweise 45 bis 60 Gewichtsprozent, bezogen auf das Gesamtgewicht. Liegt der Polytetrahydrofuran-gehalt der Mischung unter 30 Gewichtsprozent, bezogen auf das Gesamtgewicht, so nimmt die Mikrobenbeständigkeit des daraus hergestellten Polyurethan-Elastomeren deutlich ab.

- c) Als Kettenverlängerungsmittel (c) kommen aliphatische Diole mit 2 bis 8, vorzugsweise 2 bis 6 Kohlenstoffatome in Betracht. Beispielhaft genannt seien Äthylenglykol, Hexandiol-1,6 und vorzugsweise Butandiol-1,4. Die Diole können auch als Mischungen verwendet werden.

Zur Einstellung von Härte und Schmelzpunkt der Polyurethan-Elastomeren können die Ausgangskomponenten (b) und (c) in relativ breiten molaren Verhältnissen variiert werden. Bewährt haben sich molare Verhältnisse von Polytetrahydrofuran oder Polytetrahydrofuran-Adipat bzw. Polycaprolacton Mischung (b) zu Kettenverlängerungsmitteln (c) von 1:1 bis 1:7, insbesondere von 1:1,8 bis 1:4,4, wobei die Härte bzw. der Schmelzpunkt der Elastomeren mit zunehmendem Gehalt an Kettenverlängerungsmitteln ansteigt.

Zur Herstellung der als Trägermaterialien geeigneten Polyurethan-Elastomeren werden die Ausgangskomponenten (a), (b), (c), gegebenenfalls in Gegenwart von Hilfsmitteln, bei-

spielsweise Katalysatoren, in solchen Mengen zur Reaktion gebracht, daß das Verhältnis von NCO-Gruppen zu Gesamt-Hydroxylgruppen der Komponenten (b) und (c) 0,85 bis 0,99:1, vorzugsweise 0,90 bis 0,98:1 beträgt.

Geeignete Hilfsmittel zur Herstellung der Polyurethan-Elastomeren sind insbesondere Katalysatoren, welche die Reaktion zwischen den NCO- und OH-Gruppen beschleunigen. Genannt seien beispielsweise tertiäre Amine wie z.B. Triäthylamin, Dimethylcyclohexylamin, N-Methyl-Morpholin, N,N'-Dimethyl-Piperazin, Diazabicyclo-(2,2,2)-octan und ähnliche sowie besonders organische Metallverbindungen wie Zinndiacetat, Zinndioctoat, Zinndilaurat oder die Zinndialkylsalze aliphatischer Carbonsäure wie Dibutylzinndiacetat, Dibutylzinndilaurat oder ähnliche. Die Katalysatoren werden üblicherweise in Mengen von 0,01 bis 1,0 Mol/kg Hydroxylverbindungen eingesetzt, gegebenenfalls kann jedoch auch auf den Zusatz von Katalysatoren ganz verzichtet werden.

Unter Farbstoffe (B) im Sinne der Erfindung sind nicht nur Farbstoffe der verschiedenen Farbstoffreihen, sondern auch organische und anorganische Pigmente zu verstehen.

Als geeignete Farbstoffe seien beispielhaft genannt: Triphenylmethan-, Oxazin-, Thiazin-, Nitro-, Methin-, Phthalocyanin-, Azo- und Anthrachinonfarbstoffe, wobei solche Farbstoffe bevorzugt sind, die mindestens eine Amino-, Carboxyl- oder Hydroxylgruppe besitzen, die mit Isocyanaten zu reagieren vermag.

Farbstoffe der genannten Art werden beispielsweise in der DE-AS 11 14 317 beschrieben.

Als organische Pigmente seien beispielsweise solche aus der Azo-, Anthrachinon, Azaporphin-, Thioindigo- oder polycycli-

ischen Reihe, ferner der Chinacridon-, Dioxazin-, Naphthalin-⁷ tetracarbonsäure- oder Perylentetracarbonsäure-Reihe sowie verlackte Farbstoffe, wie Calcium-, Magnesium- oder Aluminium-Lacke von sulfonsäure- und/oder carbonsäuregruppenhaltigen Farbstoffen, von denen eine große Zahl beispielsweise aus Colour-Index, 2. Auflage bekannt sind, genannt.

Als anorganische Pigmente kommen beispielsweise in Betracht: Zinksulfid, Cadmiumsulfid, Cadmiumselenide, Ultramarin, Titanoxid, Eisenoxide, Nickel- oder Chromtitangelb, Kobaltblau, Chromoxide und Chromatpigmente sowie Ruß.

Vorzugsweise verwendet werden Cadmiumsulfid, Ultramarin, Titanoxid, Eisenoxide, Chromtitangelb und Ruß.

Als Hilfsmittel (B) seien beispielhaft genannt: Gleitmittel und Verarbeitungshilfsmittel, wie Metallseifen, z.B. Magnesium-, Calcium-, Zink- und Aluminium-stearate, Ester langkettiger Carbonsäuren, z.B. Glycerin-monooleat oder Palmitylstearat, Stearinamide, Polyäthylenwachse und Montanesterwachse;

Stabilisatoren und Lichtschutzmittel, wie Benzotriazolderivate, substituierte Benzoessäurephenylester, substituierte Phenole, Benzylphosphonsäureester, Derivate der phosphorigen Säure und Carbodiimide;

Antioxidantien, wie Alkyl-hydroxyphenyl-propionate und substituierte Hydroxyhydrozimtsäureamide;

Fungizide, wie Organoarsenverbindungen und Chlorhydroxydiphenyläther und

Flammschutzmittel, wie Bromdiphenyläther, bromierte Polystyrole oder Polycarbonate und Antimontrioxid.

Vorzugsweise verwendet werden als Hilfsmittel (B) Palmitylstearat, Äthylendiamin-bis-stearylamine, substituierte Benzotriazole und Phenole, Carbodiimide, substituierte Alkyl-

-hydroxyphenyl-propionate, Hydrozimtsäureamid-Derivate, Chlorhydroxy-diphenyläther und Bromdiphenyläther.

Zur Herstellung der erfindungsgemäßen Farbstoff- und/oder Hilfsmittelkonzentrate werden die Farbstoffe und/oder Hilfsmittel in den organischen Diisocyanaten (a), dem hydroxylgruppenhaltigen Polytetrahydrofuran oder der Polytetrahydrofuran-Adipat bzw. Polycaprolacton-Mischung (b) und dem Diol (c), vorzugsweise jedoch in einer der Ausgangskomponenten (a) bis (c), insbesondere in der Ausgangskomponente (b) oder gegebenenfalls einer Mischung aus den Ausgangskomponenten (b) und (c) vor der Polyurethanherstellung gelöst oder dispergiert.

Das Einbringen der Farbstoffe und/oder Hilfsmittel in vorzugsweise hydroxylgruppenhaltiges Polytetrahydrofuran oder Polytetrahydrofuran-Adipat bzw. Polycaprolactonmischungen in möglichst feiner Verteilung erfolgt in üblichen Naßzerkleinerungsaggregaten, beispielsweise Kolloidmühlen, Attritoren, Walzenmühlen u.a. bei Temperaturen bis zu 150°C, vorzugsweise 50° bis 120°C. Die erhaltene Mischung wird mit den restlichen Ausgangskomponenten a bis c, nach einer bevorzugten Ausführungsform zunächst mit dem aliphatischen Diol (c) und danach dem organischen Diisocyanat (a) bei Temperaturen von 10°C bis 130°C, vorzugsweise 50° bis 120°C, insbesondere 80° bis 100°C intensiv gemischt und das Reaktionsgemisch in noch fließfähigem Zustand in eine mit einem Trennmittel versehene Mulde zu einer Schichtdicke von ungefähr 6 bis 12 mm ausgegossen. Die noch weiche Reaktionsmasse wird in handliche Stücke geschnitten und nach dem Festwerden ungefähr 1 bis 8 Tage zwischengelagert. Anschließend wird das Farbstoff und/oder Hilfsmittel enthaltende Konzentrat zu Granulatpartikel mit Teilchendurchmessern kleiner als 4 mm, vorzugsweise von 0,5 bis 3 mm zerkleinert. Die erhaltenen rieselfähigen Granulate sind sehr gut lagerbeständig.

030030/0361

Zum Einfärben oder Ausrüsten mit Hilfsmitteln werden den naturbelassenen, thermoplastisch verarbeitbaren Polyurethan-Elastomeren Farbstoff- und/oder Hilfsmittelkonzentrate in Mengen von 0,5 bis 5 Gewichtsprozent, vorzugsweise 1 bis 3 Gewichtsprozent, bezogen auf das Gewicht des naturbelassenen Polyurethan-Elastomeren, einverleibt. Für Spritzguß- und Extrusionsartikel ist im allgemeinen aus Gründen einer optimalen Farbverteilung ein Konzentratzusatz von 1 bis 2 Gewichtsprozent notwendig. In anderen Fällen, beispielsweise der Folieneinfärbungen sind üblicherweise höhere Farbstoffkonzentrationen erforderlich. Die Farbstoffkonzentrate lassen sich für das Einfärben von Formteilen in gedeckten Tönen ebenso verwenden wie für die Herstellung von transparenten Formkörpern.

Die in den Beispielen genannten Teile beziehen sich auf das Gewicht.

Beispiel 1

Herstellung eines 25 gew.-%igen Farbstoffkonzentrates:

1500 Teile eines Pigments der Eisenoxid-Reihe (Schwarz JK 7003 der Firma Siegle, Stuttgart) werden bei 110°C in 2746 Teilen Polytetrahydrofuran mit einer OH-Zahl von 56 dispergiert. Die erhaltene Dispersion wird bei der gleichen Temperatur zunächst mit 380,87 Teilen Butandiol-1,4 und danach mit 1373,0 Teilen 4,4'-Diphenylmethan-diisocyanat unter Rühren intensiv vermischt. Die noch fließfähige Polyurethanmischung wird bei 135°C in eine teflonisierte Mulde gegossen. Die Schichtdicke beträgt ungefähr 8 mm. Die noch weiche Polyurethanmischung wird in ca. 15 x 45 x 0,8 cm große Stücke geschnitten und nach Beendigung der Reaktion 2 Tage bei Raumtemperatur zwischengelagert. Danach wird das

030030/0361

erhaltene Farbstoffkonzentrat auf eine Teilchengröße von 1,5 bis 2,5 mm im Durchmesser gemahlen.

Beispiel 2

Herstellung eines 40 gew.-%igen Stabilisatorkonzentrates:

Man verfährt analog den Angaben von Beispiel 1, verwendet jedoch anstelle von 1500 Teilen eines Pigments der Eisenoxid-Reihe 3000 Teile eines Stabilisators auf Alkyl-hydroxyphenyl-propionat-Basis (® Irganox 1010 der Ciba-Geigy AG, Basel, Schweiz)

Beispiel 3

Herstellung eines 50 gew.-%igen UV-Stabilisatorkonzentrates:

Es wird wie in Beispiel 1 beschrieben gearbeitet, jedoch anstelle von 1500 Teilen eines Pigments der Eisenoxid-Reihe 4500 Teile eines UV-Stabilisators auf Basis von substituierten Benzotriazol (® Tinuvin P der Ciba-Geigy AG, Basel, Schweiz) verwendet.

Beispiel 4

Herstellung eines 20 gew.-%igen Gleitmittelkonzentrates:

Man verfährt analog den Angaben von Beispiel 1, verwendet jedoch anstelle von 1500 Teilen eines Pigments der Eisenoxid-Reihe 1125 Teile eines Umsetzungsproduktes einer Fettsäure mit mehr als 12 Kohlenstoffatomen mit Äthylendiamin (Syntewax der Firma Comiel Milano, Italien).

Beispiel 5

Herstellung eines 25 gew.-%igen Feststoffkonzentrates unter Verwendung einer Polytetrahydrofuran-Adipat-Mischung.

1500 Teile eines Pigments der Eisenoxid-Reihe (Schwarz JK 7003 der Firma Siegle, Stuttgart) werden bei 110°C in einer Mischung aus 2196,8 Teilen eines hydroxylgruppenhaltigen Polytetrahydrofurans der OH-Zahl 56 und 549,20 Teilen eines Butandiol-1,4-adipats der OH-Zahl 56 dispergiert. Die erhaltene Dispersion wird ebenfalls bei 110°C zunächst mit 380,87 Teilen Butandiol-1,4 und danach mit 1373,0 Teilen 4,4'-Diphenylmethan-diisocyanat unter Rühren intensiv vermischt.

Die noch fließfähige Polyurethammischung wird bei 135°C in eine teflonisierte Mulde gegossen, so daß die Schichtdicke ungefähr 8 mm beträgt. Die noch weiche Polyurethammischung wird in ca. 15 x 45 x 0,8 cm große Stücke geschnitten und nach beendeter Reaktion 2 Tage bei Raumtemperatur gelagert. Danach wird das erhaltene Farbstoff-konzentrat auf eine Teilchengröße von 1,5 bis 2,5 mm im Durchmesser gemahlen.

Beispiel 6

40 gew.-%iges Stabilisatorkonzentrat:

Man verfährt analog den Angaben des Beispiels 5, verwendet jedoch anstelle des Eisenoxidpigments 3000 Teile eines Stabilisators auf Alkylhydroxyphenyl-propionat-Basis (® Irganox 1010).

Beispiel 7

50 gew.-%iges UV-Stabilisatorkonzentrat:

Man verfährt analog den Angaben des Beispiels 5, verwendet jedoch anstelle des Eisenoxidpigments 4500 Teile eines substituierten Benzotriazols (® Tinuvin P).

Beispiel 8

20 gew.-%iges Gleitmittelkonzentrat:

Man verfährt analog den Angaben des Beispiels 5, verwendet jedoch anstelle des Eisenoxidpigments 1125 Teile eines Umsetzungsproduktes einer höhermolekularen Fettsäure mit Äthylendiamin (Syntewax).

Beispiel 9

Man verfährt analog den Angaben von Beispiel 5, verwendet jedoch anstelle eines Polytetrahydrofuran-Butandiol-1,4-adipat-Gemisches eine Mischung aus 1922,2 Teilen eines hydroxylgruppenhaltigen Polytetrahydrofurans der OH-Zahl 56 und 823,8 Teilen eines Butandiol-1,4-Hexandiol-1,6-adipats der OH-Zahl 56.

Beispiele 10 bis 12

Man verfährt entsprechend den Angaben des Beispiels 9, verwendet jedoch anstelle des Eisenoxidpigments 4500 Teile eines substituierten Benzotriazols (® Tinuvin P), oder 3000 Teile eines Alkyl-hydroxyphenyl-propionats (Irganox 1010) oder 1125 Teile eines Umsetzungsproduktes einer höheren Fettsäure mit Äthylendiamin (Syntewax).